

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

PRODUCTION OF GREEN COMPACT

Patent Number: JP52122275
Publication date: 1977-10-14
Inventor(s): KOBAYASHI TOSHIO; others: 01
Applicant(s): HITACHI LTD
Requested Patent: ☐ JP52122275
Application Number: JP19760038270 19760407
Priority Number(s):
IPC Classification: B30B11/02
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PURPOSE: To produce the green compact being homogeneous and having a high packing density, by packing the powder to be compacted so that the green compact of hexagonal BN, alumina, etc. may not parallel the direction of pressurization (e.g. at the piston-cylinder type pressurizing device, the progressing direction of piston) and forming under pressure.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

9WPAT

Title

Press shaped powder body formed without generation of cracks - contains e.g. alumina, magnesia, zirconia, silicon oxide or titanium carbide

Patent Data

Family JP52122275 A 77.10.14 * (7747)

Priority N° 76.04.07 76JP-038270

Abstract

basic abstract

JP52122275 A Shaped body is obtained by press-shaping powder consisting of alumina, magnesia, zirconia, SiO, TiC, WC, BN, AlN, graphite, W, or Mo. Process is carried out each that the surface of the powder to be press-shaped is not parallel to the direction of pressure.

In an example, a cylinder type powder to be press-shaped is positioned in a pressure medium in the horizontal direction. The powder is pressed with a piston. As the powder is not press-shaped in the parallel dim., cracks are not generated in the press-shaped body.

Patentee & Inventor

Assignee (HITA) HITACHI LTD

Accession Codes

Number 77-83838Y/47

Codes

Derwent Classes L02 P71

Other Data

NUM 1 patent(s) 1 country(s)

IC2 B30B-011/02

⑨日本国特許庁
公開特許公報

⑩特許出願公開
昭52—122275

⑪Int. Cl.²
B 30 B 11/02

識別記号

⑫日本分類
13(7) B 8

庁内整理番号
6949—4A

⑬公開 昭和52年(1977)10月14日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭圧粉体の製造方法

⑮特 願 昭51—38270

⑯出 願 昭51(1976)4月7日

⑰発 明 者 小林俊雄
国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番
地 株式会社日立製作所中央研
究所内

⑱発 明 者 須佐憲三

国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番
地 株式会社日立製作所中央研
究所内

⑲出 願 人 株式会社日立製作所
東京都千代田区丸の内一丁目5
番1号

⑳代 理 人 弁理士 薄田利幸

明 細 書

発明の名称 圧粉体の製造方法

特許請求の範囲

圧粉体の表面と加圧方向が実質的に平行とならぬよう粉末を充填し加圧成形することを特徴とする圧粉体の製造方法。

発明の詳細な説明

本発明は圧粉体の製造方法に関するものである。

圧粉体は単結晶に較べて、作製が容易であるばかりでなく、製造価格も安いので、各種の大型材料が圧粉体によつて製造されている。例えば、フェライト、アルミナ、マグネシヤ、ジルコニヤ等の酸化物、SiO₂、B₂O₃、C、TiC、WC等の炭化物、BN、AlN等の窒化物、LaB₆等の硼化物およびダイヤモンド、グラファイト、W、Mo、等の圧粉体が良く知られている。また、圧粉体は単結晶を育成する場合の原料としてもしばしば利用されている。

本発明の目的は均質かつ高充填密度の圧粉体を製造する方法を提供することである。

本発明は熱間圧縮および冷間圧縮において生じるクラックの原因を究明した結果なされたものであり、圧粉体の表面と加圧方向が実質的に平行とならぬよう粉末を充填し加圧成形することを特徴とするものである。ここで、加圧方向とは例えばピストン・シリンダー型の加圧装置ではピストンの進む方向を意味する。

本発明の第1の効果は圧粉体中に加圧方向と直角にクラックが生ずるのを防ぐことができる。

本発明の第2の効果は第1図に示すような直径に対して長さ^{長い}が円柱状の圧粉体を容易に作製することができる。

本発明の第3の効果は第2図に示すような中央がくびれたつづみ状の圧粉体を容易に作製することができる。

上述の効果はクラックの生ずる原因が減圧時に圧粉体と圧力媒体あるいはシリンダー内壁との間に生ずる摩擦力にあることを解明し、これを改良した結果得られたものである。したがって、本発明では粉末の充填法を第3図のように改良し、減

圧時に圧粉体と圧力媒体との間に摩擦力が生じないようにした。なお、冷間圧縮では圧力媒体として滑りの良いテフロン等を使用することによつて、さらに好ましい圧粉体の作製が行なえる。

以下実施例によつてさらに詳細に説明を加える。

実施例 1

圧粉体の原料として第 1 表に示す各種の粉末を用い、これを圧力媒体のテフロン中に第 4 図に示すように充填し、さらに第 3 図に示した加圧装置の中に挿入して圧力 5 ton/cm^2 を印加した。5 分間圧力下に保持した後、減圧して取り出した圧粉体を顕微鏡で観察した。この結果を第 1 表に示した。また、比較のために六方晶 BN、アルミナおよびマグネシアをテフロン中に第 5 図に示すように充填して圧力 5 ton/cm^2 を印加した結果も同時に示した。第 1 表から明らかなように、圧粉体の円柱が加圧方向に対して横向になるよう粉末を充填した場合、すなわち圧粉体の表面と加圧方向が実質的に平行とならないよう粉末を充填した場合は圧粉体中にクラックが入らず細長い円柱状

の圧粉体を作製することができた。これに対し、圧粉体の円柱が加圧方向に対して縦向になるよう粉末を充填した場合、すなわち圧粉体の表面の大部分が加圧方向と平行になるよう粉末を充填した場合は圧粉体中に加圧方向と垂直な方向にクラックが入り、円柱が数個の円板に割れてしまうことがしばしば起こつた。

実施例 2

圧粉体の原料として六方晶 BN、アルミナ、マグネシアを選び、テフロン中の試料室の形状を変えて実施例 1 と同様な方法で第 6 図に示したような形状を持つ圧粉体を作製した。いずれの場合もクラックのない良質な圧粉体を作製することができた。

実施例 3

圧粉体の原料として第 2 表に示す各種の粉末を用い、圧力媒体兼発熱体のグラフアイト中に圧粉体の表面と加圧方向が実質的に平行とならないよう粉末を充填し、さらに第 7 図に示す高圧高温発生装置に挿入して圧力 $5 \sim 60 \text{ kbar}$ 、温度

1700°C を 3.0 分間印加した。また、比較のために立方晶 BN を第 8 図に示すように、圧粉体の表面と加圧方向が平行になるよう充填した場合も圧粉体の作製を行なつた。この結果を第 2 表に示す。第 2 表から明らかなように、圧粉体の表面が実質的に加圧方向と平行にならぬよう粉末を充填した場合はクラックのない良質な圧粉体を作製することができた。一方、圧粉体の表面の大部分が加圧方向と平行な場合はクラックが入つて圧粉体の作製を行なうことができなかった。

第 1 表

試料番号	試料名	成形状況
1	六方晶 BN	クラックなし
2	アルミナ	クラックなし
3	マグネシア	クラックなし
4	フェライト	クラックなし
5	グラフアイト	クラックなし
6	ジルコニヤ	クラックなし
7	ガーネット	クラックなし
8	PLZT	クラックなし
9	LaB ₆	クラックなし

試料番号	試料名	成形状況
比較例	六方晶 BN	円板状に割れた
"	アルミナ	円板状に割れた
"	マグネシア	円板状に割れた

第 2 表

試料番号	試料名	印加圧力	成形状況
1	立体系 BN	60 kbar	クラックなし
2	AlN	30	クラックなし
3	LaB ₆	5	クラックなし
4	SiC	10	クラックなし
5	B ₄ C	10	クラックなし
6	WC	10	クラックなし
比較例	立方晶 BN	60	円板状に割れた

以上の実施例から明らかなように、熱間圧縮あるいは冷間圧縮において、圧粉体の表面と加圧方向が実質的に平行とならぬよう粉末を充填して圧粉体を作製するならば、圧粉体中に加圧方向と直角にクラックが生ずるのを防ぐことができ、直径に対して長さが長い細長い円柱や中央部がくび

れたつづみ状の圧粉体を容易に作製することができる。

なお、製造装置としては、圧粉体の作製に必要な圧力あるいは温度を発生しうる装置であればいかなるものをも使用することができ、又加圧あるいは加熱方法にも制限はない。圧力媒体はテフロン、グラファイト以外にも圧粉体を成形しうる物質であればいかなるものをも使用しうる。さらに、原料の粉末中には必要に応じて任意の結合剤を添加しうるものである。

図面の簡単な説明

第1図は直径に対して長さが長い円形状の圧粉体、第2図は中央部がくびれたつづみ状の圧粉体、第3図は圧粉体を加圧成形する装置および粉末が充填された状態、第4図は圧粉体の表面が実質的に加圧方向と平行にならぬよう圧力媒体中に粉末を充填した状態、第5図は圧粉体の表面の大部分が加圧方向と平行になるように圧力媒体中に粉末を充填した状態、第6図は作製した圧粉体の例、第7図は高圧高温発生装置および粉末を充填した

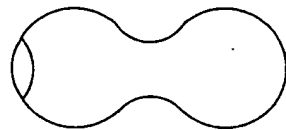
状態、第8図は高圧高温発生装置および粉末を充填した状態を示す。又、第3図、第7図、第8図中の矢印は加圧方向を示す。図中1はピストン、2はシリンダー、3は対向ピストン、4は圧力媒体、5は圧粉体、6はアンビル、7はシリンダー、8は電導リング、9は圧力媒体、10は圧力媒体兼発熱体のグラファイトを示す。

代理人 弁理士 薄田利幸

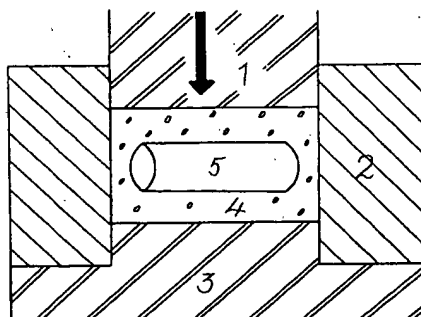
第1図



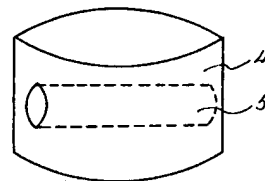
第2図



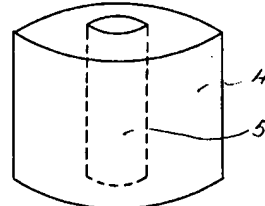
第3図



第4図

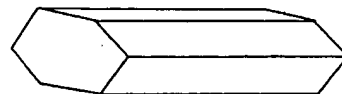


第5図

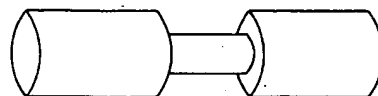


第6図

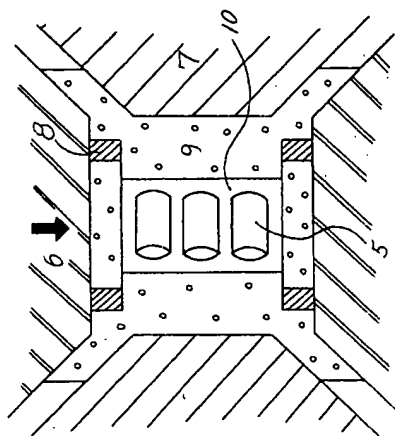
(a)



(b)



第 7 図



第 8 図

